

Bureau voor de Industriële Eigendom Nederland 1021197

## (12) C OCTROOI<sup>6</sup>

Aanvrage om octrooi: 1021197

(22) Ingediend: 01.08.2002

61 Int.Ct.7 B01D 5/10

30 Voorrang: 26.04,2002 NL 1020491

(41) Ingeschreven: 28.10.2003 I.E. 2004/01

47 Dagtekening: 28.10,2003

(45) Uitgegeven: 05.01.2004 I.E. 2004/01 Octroolhouder(s):

Norit Membraan Technologie B.V. te Hengelo.

(72) Uitvinder(s): Stephan Cornelis Johannes Marla van Hoof te Vroomshoop Ingo Bluma te Hengelo

Gemachtigde: Drs. A. Kupecz c.s. te 1000 HB Amsterdam.

(54) Membraanintegriteltstest.

## Membraanintegriteitstest

wat een nadeel is.

De onderhavige uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor het beoordelen van de integriteit van een membraan in een membraanfiltratie-eenheid, welke eenheid omvat een voedingszijde (F) met een voedingsleiding die 5 eventueel is voorzien van een klep (V1) en met een afvoer, afgescheiden door middel van de membraan van een filtraatzijde (P) met een afvoergeleiding met een klep (V2) en een gasinlaat met een klep (V3); welke werkwijze de stappen onwat van het afvoeren van fluïdum vanuit de 10 voedingszijde door de afvoer en het vullen van de

voedingszijde met gas door de voedingsleiding.

Een dergelijke werkwijze is in de techniek bekend en wordt algemeen aangeduid met de term "Pressure Hold Test".

Door middel van deze bekende testwerkwijze wordt de

15 drukafname aan de voedingszijde met het verloop van de tijd gemeten, en de mate van afname wordt vergeleken met een standaardwaarde om zodoende de integriteit van de membraan te beoordelen. Het nadeel van deze bekende werkwijze, welke reeds in 1983 is beschreven door Thomas D. Brock, "Membrane

20 Filtration", A Users Guide and Reference Manual, bladzijde 46-60, Science Tech, Inc., is dat de gevoeligheid en de nauwkeurigheid niet kunnen worden geregeld en dat deze afhankelijk zijn van het totale volume van de voedingszijde

25 De onderhavige utvinding heeft nu tot doel een verbeterde werkwijze te verschaffen. De onderhavige uitvinding heeft in het bijzonder tot doel een werkwijze te verschaffen waarbij de gevoeligheid en de nauwkeurigheid op een eenvoudige manier kunnen worden aangepast.

Om ten minste één van de hiervoor genoemde doelen volgens de onderhavige uitvinding te verkrijgen, verschaft deze uitvinding een werkwijze zoals aangeduid in de aanhef en welke wordt gekenmerkt door de stappen van het verschaffen van een vooraf bepaald gasvolume aan de filtraatzijde tussen de membraan en de klep (V2), het verhogen van de druk aan de voedingszijde tot een van tevoren te bepalen waarde die hoger

is dan de druk aan de filtraatzijde om zodoende een bekend drukverschil over de membraan te verkrijgen; eventueel het sluiten van de klep (V1); het meten van de druktoename aan de filtraatzijde door middel van een druktransmitter (PT) welke 5 is voorzien aan de filtraatzijde, en het vergelijken van de druktoename met een standaardwaarde en het gebruiken van deze vergelijking om de integriteit van de membraan te beoordelen. Door middel van deze werkwijze volgens de uitvinding kunnen de gevoeligheid en / of de nauwkeurigheid eenvoudig worden 10 aangepast door de vooraf te bepalen hoeveelheid gas die wordt toegevoerd aan de filtraatzijde van de membraaneenheid te verhogen of te verlagen. Hoewel de onderhavige uitvinding hierna in hoofdzaak noemt dat de voedingszijde onder druk wordt gezet, waarbij metingen worden uitgevoerd aan de 15 filtraatzijde, zal het aan een deskundige in de techniek duidelijk zijn dat de werkwijze ook omgekeerd kan worden uitgevoerd. Derhalve zijn de voedingszijde en de filtraatzijde in de context van deze uitvinding onderling uitwisselbaar. Bovendien is het van belang dat er een 20 drukverschil bestaat, waarbij de absolute waarde van de druk zelf niet van belang is.

Hierna zullen de verschillen tussen de onderhavige werkwijze volgens de uitvinding en de algemeen bekende "Pressure Hold Test" worden beschreven. Een deskundige in de 25 techniek zal eenvoudig in staat zijn om elk van de afzonderlijk aangeduide voordelige uitvoeringsvormen van de onderhavige uitvinding te combineren met elk van de bekende maatregelen volgens de "Pressure Hold Test" om zodoende specifieke voordelen te verkrijgen.

Overeenkomstig een eerste voorkeursuitvoeringsvorm wordt de werkwijze volgens de uitvinding gekenmerkt doordat een vooraf te bepalen deel van de vloeistof vanuit de filtraatzijde wordt verwijderd door de afvoergeleiding en een vooraf te bepalen hoeveelheid vloeistof wordt vervangen door 35 gas, toegevoerd door de gasinlaat. In een dergelijke uitvoeringsvorm wordt gebruik gemaakt van delen die algemeen aanwezig zijn in dergelijke eenheden.

Volgens een verdere voorkeursuitvoeringsvorm van de uitvinding vormt het gasvolume een integraal deel van de

filtraatzijde. Ten gevolge daarvan zijn geen verdere extra componenten noodzakelijk.

Volgens een andere uitvoeringsvorm van de uitvinding die de voorkeur heeft, wordt het gasvolume voorzien in een 5 drukvat, afzonderlijk van maar in fluïdumcommunicatie met de filtraatzijde. Een dergelijke uitvoeringsvorm heeft het voordeel dat de filtraatzijde niet gedeeltelijk hoeft te worden leeggemaakt. Volgens een verdere uitvoeringsvorm kan het drukvat zijn gepositioneerd tussen de filtraatzijde van 10 de membraaneenheid en de klep (V2). Maar het is ook mogelijk om het drukvat tussen de filtraatzijde van de membraanfiltratie-eenheid en de klep (V3) te plaatsen. In elk geval dient de druktransmitter te zijn voorzien bij het

Het heeft de voorkeur dat het drukverschil ten minste 1 x 10<sup>3</sup> Pa bedraagt. De maximumwaarde van het drukverschil wordt bepaald door de zogenoemde "bubble point" druk. Het heeft in het bijzonder de voorkeur dat de druk aan de voedingszijde minder is dan 0,8 x de "bubble point" druk 20 van de membranen of de membraanfiltratie-eenheid.

Algemeen bekende vloeistoffilters bestaan uit een veelvoud van afzonderlijke membraanfiltratie-eenheden. Gewoonlijk zijn deze membraanfiltratie-eenheden parallel geplaatst.

25 Bij dergelijke uitvoeringsvormen heeft het de voorkeur dat de betreffende eenheden opeenvolgend worden getest om zodoende de mogelijkheid te hebben dat één eenheid die getest moet worden wordt afgesloten van de overige eenheden die operationeel blijven. Volgens een verdere 30 voorkeur worden meer dan één membraanfiltratie-eenheden simultaan getest. Dat is in het bijzonder voordelig wanneer de overblijvende filtratie-eenheden voldoende capaciteit hebben om de gewenste hoeveelheid gefiltreerde vloeistof te verschaffen.

35 De uitvinding wordt hierna beschreven onder verwijzing naar de tekeningen die voorkeursuitvoeringsvormen van de uitvinding tonen.

Figuur 1 toont een stroomschema van de "Pressure Hold Test" overeenkomstig de stand der techniek.

gasvolume.

Figuur 2 toont een stroomschema van een eerste uitvoeringsvorm van de uitvinding

Figuur 3 toont een stroomschema volgens een tweede uitvoeringsvorm van de uitvinding.

Figuur 1 toont een stroomschema van de "Pressure Hold Test" zoals die algemeen bekend is in de techniek. Een membraanfiltratie-eenheid 1 bestaat uit een voedingszijde F, afgescheiden door middel van een membraan 2 van een filtraatzijde P. De voedingszijde F omvat een afvoer 3 die is 10 voorzien om vloeistof vanuit de voedingszijde F af te kunnen voeren. Tevens omvat deze een voedingsleiding 4 welke een druktransmitter PT heeft om de druk in de voedingsleiding 4 en aan de voedingszijde F te meten. Een klep V1 is voorzien om de voedingszijde van de membraanfiltratie-eenheid van een 15 vloeistof die gefiltreerd moet worden of van een gas te voorzien. De klep V2 kan worden geopend om het zodoende mogelijk te maken dat vloeistof of gas aan de voedingszijde wordt toegevoerd, of die gesloten kan worden om zodoende de toevoer en afvoer van gas of vloeistof naar en van, 20 respectievelijk, de voedingszijde onmogelijk te maken.

De filtraatzijde P is voorzien van een afvoergeleiding 5. Om in staat te zijn de werkwijze volgens de stand der techniek uit te voeren, om de integriteit van de membranen te beoordelen, wordt de vloeistof aan de 25 voedingszijde afgevoerd door de afvoer 3 en de filtraatzijde wordt geleegd via de afvoer 5. Gas wordt toegevoerd aan de voedingszijde door de voedingleiding 4, door kleppen V1 en V2. Nadat de druk aan de voedingszijde F op een vooraf te bepalen waarde is gekomen, bijvoorbeeld 1 x 105 Pa hoger dan 30 de druk aan de filtraatzijde P, wordt de klep V2 gesloten. Wanneer gas door de membraan 2 naar de filtraatzijde P lekt, zal de druk aan de voedingszijde F en in de voedingsleiding 4 afnemen, wat wordt gemeten door de druktransmitter PT. De mate van deze drukafname kan worden vergeleken met een 35 standaardwaarde die wordt bepaald voor een intact membraan. Wanneer de gemeten afnamesnelheid groter is dan de standaardwaarde dan zal een lek aanwezig zijn in de membraan 2.

De standaardwaarde wordt bepaald voor een specifiek

drukverschil over de membraan 2. Het testen moet worden uitgevoerd bij deze vooraf bepaalde drukwaarde. Omdat het volume van de voedingszijde wordt bepaald door de afmeting van de membraaneenheid en de gevoeligheid van de test afhangt 5 van het volume van de voedingszijde, kan de gevoeligheid niet vooraf worden ingesteld en zal deze afnemen wanneer de afmeting van de membraaneenheid toeneemt.

afmeting van de membraaneenheid toeneemt. Figuur 2 toont een stroomschema volgens een eerste uitvoeringsvorm van de onderhavige uitvinding. Overeenkomstig 10 deze uitvoeringsvorm is een druktransmitter PT voorzien aan de filtraatzijde P van de membraanfiltratie-eenheid 1. Ook is aan de filtraatzijde P een gasinvoer 6 voorzien met een klep V3. Wanneer de integriteit van de membranen 2 in deze membraanfiltratie-eenheid 1 wordt beoordeeld wordt vloeistof 15 uit de voedingszijde F verwijderd, overeenkomstig de werkwijze zoals die is beschreven onder verwijzing naar Figuur 1. Aanvullend op de bekende werkwijze wordt een deel van de vloeistof aan de filtraatzijde P afgevoerd door de afvoergeleiding 5. De vloeistof die op deze wijze wordt 20 afgevoerd wordt vervangen door gas dat aan de filtraatzijde P wordt binnengevoerd door klep V3. Wanneer een vooraf te bepalen hoeveelheid vloeistof is verwijderd wordt de klep V2 gesloten net als klep V3. Deze vooraf te bepalen hoeveelheid kan elke hoeveelheid vloeistof zijn terwijl de maximale 25 hoeveelheid overeenkomt met de totale hoeveelheid vloeistof aan de filtraatzijde P. Vervolgens wordt de druk aan de voedingszijde verhoogd tot een vooraf te bepalen waarde. In het geval er geen lekken aanwezig zijn zal het gas door de membranen 2 worden gevoerd door middel van diffusie wat bij 30 een zeer lage snelheid plaatsvindt. Wanneer een drukverschil over de membraan 2 minder is dan de "bubble point" druk zal gas in hoofdzaak door lekken in de membranen worden getransporteerd wanneer de membranen dergelijke lekken omvatten. De druk aan de filtraatzijde P zal in dat geval 35 worden verhoogd, welke toename wordt gemeten door middel van de druktransmitter PT. Derhalve kan door middel van de mate (of de snelheid) van druktoename aan de filtraatzijde P de integriteit van de membraan 2 worden beoordeeld. Hoewel de onderhavige uitvinding wordt besproken aan de hand van het

onder druk brengen van de voedingszijde, en waarbij metingen worden uitgevoerd op de filtraatzijde, zal het duidelijk zijn aan een deskundige in de techniek dat de werkwijze ook "omgekeerd" kan worden uitgevoerd. Derhalve, in de context van deze uitvinding, zijn de voedingszijde en filtraatzijde onderling uitwisselbaar.

Een andere uitvoeringsvorm overeenkomstig de werkwijze volgens de uitvinding staat weergegeven in Figuur 3. Hier is het gasvolume aanwezig in een drukvat PV. 10 De druktransmitter PT kan zijn voorzien nabij het drukvat PV of aan de membraaneenheid zelf. De werkwijze wordt op dezelfde wijze uitgevoerd als hiervoor is beschreven onder verwijzing naar Figuur 2. Overeenkomstig deze uitvoeringsvorm is het echter niet noodzakelijk om een vooraf te bepalen 15 hoeveelheid vloeistof uit de filtraatzijde P af te voeren aangezien een bekende hoeveelheid gas aanwezig is in het drukvat PV. De hoeveelheid gas kan worden geregeld overeenkomstig elke bekende werkwijze in de techniek. Bijvoorbeeld kan het drukvat PV een eigen gastoevoer hebben, 20 waardoor de druk in het drukvat PV op elke gewenste waarde kan worden gebracht en gehouden, zowel voorafgaand aan als tijdens een integriteitstest. Het zal duidelijk zijn dat elke combinatie van de uitvoeringsvormen zoals die zijn getoond in de Figuren 2 en 3 ook deel uitmaken van de onderhavige 25 uitvinding.

Het heeft de voorkeur dat het drukverschil over de membraan 2 niet groter is dan 0,8 x de "bubble point" druk. Want in dat geval wordt namelijk vrijwel geen gas door de membranen door middel van door druk geïnduceerde diffusie verplaatst. Het minimale drukverschil hangt af van de membraan en de vereiste mate van testen. In het geval een snelle identificatie van lekken in de membranen gewenst is kan het drukverschil worden verhoogd. Het drukverschil dient echter niet groter te zijn dan 0,8 x de "bubble point" druk.

De gevoeligheid en / of de nauwkeurigheid van de werkwijze volgens de uitvinding kan worden vergroot door een kleinere hoeveelheid vloeistof door gas te vervangen. Indien slechts een kleine hoeveelheid vloeistof wordt vervangen door gas zal elke lekkage van gas door de membranen 2 resulteren

in een relatief grote druktoename aan de filtraatzijde. De gevoeligheid en / of de nauwkeurigheid zullen groter zijn wanneer een kleinere hoeveelheid vloeistof wordt vervangen door gas in welk geval dezelfde hoeveelheid gas die door de 5 membranen 2 lekt, aanleiding zal geven tot een grotere mate van druktoename aan de filtraatzijde.

Elk gewenst aantal membraanfiltratie-eenheden zoals getoond in de tekening kan in parallel worden geïnstalleerd. De testwerkwijze volgens de uitvinding voor de beoordeling 10 van de integriteit van de membranen in elk van een dergelijke membraanfiltratie-eenheid kan per keer op één membraanfiltratie-eenheid worden uitgevoerd of op een veelvoud daarvan.

In een alternatieve uitvoeringsvorm van de

15 onderhavige uitvinding wordt de klep V1, voor het toevoeren
van gas onder druk aan de voedingszijde, zoals getoond in
figuur 2, niet gesloten. In plaats daarvan wordt de
voedingszijde continu in verbinding gehouden met een
gasdrukbron. Op deze wijze kan de druk aan de voedingszijde

20 constant worden gehouden, ongeacht de hoeveelheid gas die
wordt getransporteerd naar de filtraatzijde van de membraan.
Ook wanneer de werkwijze "omgekeerd", zoals hiervoor genoemd,
wordt uitgevoerd kan de druk aan de filtraatzijde constant
worden gehouden, ongeacht de hoeveelheid gas die naar de
25 voedingszijde wordt getransporteerd.

In een andere alternatieve uitvoeringsvorm van de onderhavige uitvinding wordt de toevoerleiding 4, welke in de eerdere beschrijving zowel gas tijdens een integriteitstest als te filtreren vloeistof tijdens de normale 30 besdrijfsvoering naar de voedingszijde aanvoert, gescheiden uitgevoerd. In dat geval zullen afzonderlijke leidingen zijn voorzien: een eerste leiding voor het toevoeren van te

filtreren vloeistof en een tweede leiding voor het toevoeren van gas naar de voedingszijde .

## CONCLUSIES

- 1. Werkwijze voor het beoordelen van de integriteit van een membraan in een membraanfiltratie-eenheid, welke eenheid omvat een voedingszijde (F) met een voedingsleiding 5 die eventueel is voorzien van een klep (V1) en met een afvoer, gescheiden door middel van de membraan van een filtraatzijde (P) met een afvoergeleiding met een klep (V2) en een gasinvoer met een klep (V3); welke werkwijze de stappen omvat van het afvoeren van fluïdum uit de 10 voedingszijde door de afvoer en het vullen van de voedingszijde met gas door de voedingsleiding, met het kenmerk, dat deze de stappen omvat van een gasvolume aan de filtraatzijde tussen de membraan en de klep (V2), het verhogen van de druk aan de voedingszijde tot een vooraf te 15 bepalen waarde die hoger is dan de druk aan de filtraatzijde om zodoende een bekend drukverschil over de membraan te verkrijgen; eventueel het sluiten van de klep (V1); het meten van de druktoename aan de filtraatzijde door middel van een druktransmitter (PT) die is voorzien aan de filtraatzijde, en 20 het vergelijken van de druktoename met een standaardwaarde en het gebruiken van deze vergelijking om de integriteit van de membraan te beoordelen.
- 2. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk,
  dat deze omvat: het verwijderen van een vooraf te bepalen
  25 deel van de vloeistof uit de filtraatzijde naar de
  afvoergeleiding en het vervangen van de vooraf te bepalen
  hoeveelheid vloeistof door een gas, dat wordt toegevoerd door
  de gasinvoer.
- 3. Werkwijze volgens conclusie 1 of 2, met het
  30 kenmerk, dat het gasvolume een integraal deel van de
  filtraatzijde vormt.
- 4. Werkwijze volgens één der conclusies 1 of 2, met het kenmerk, dat het gasvolume wordt verschaft vanuit een drukvat (PV) welke is afgescheiden van maar in 35 fluidumcommunicatie staat met de filtraatzijde.
- 5. Werkwijze volgens één der conclusies 1 4, met

het kenmerk, dat het drukverschil ten minste 1 x 10<sup>3</sup> Pa

bedraagt.

6. Werkwijze volgens één der conclusies 1 - 5, met het kenmerk, dat de druk aan de voedingszijde minder is dan 0,8 x de "bubble point" druk van de membraan of de 5 membraanfiltratie-eenheid.

7. Werkwijze voor het beoordelen van de integriteit van een membraan in een membraanfiltratie-eenheid, welke eenheid omvat een filtraatzijde (P) met een voedingsleiding die eventueel is voorzien van een klep (VI) en met een

10 afvoer, afgescheiden door middel van de membraan van een voedingszijde (F) met een afvoergeleiding met een klep (V2) en een gasinvoer met een klep (V3); welke werkwijze de stappen omvat van het afvoeren van fluïdum uit de filtraatzijde door de afvoer en het vullen van de filtraat-

15 zijde met gas door de voedingsleiding, met het kenmerk, dat deze verder de stappen omvat van het verschaffen van een gasvolume aan de voedingszijde tussen de membraan en de klep (V2), het verhogen van de druk aan de filtraatzijde tot een vooraf te bepalen waarde die hoger is dan de druk aan de

20 voedingszijde om zodoende een bekend drukverschil over de membraan te verkrijgen; eventueel het sluiten van de klep (V1); het meten van de druktoename aan de voedingszijde door middel van een druktransmitter (PT) die is voorzien aan de voedingszijde en het vergelijken van de druktoename met een standaardwaarde, en het gebruiken van de vergelijking om zodoende de integriteit van de membraan te beoordelen.

8. Werkwijze volgens conclusie 7, met het kenmerk, dat een vooraf te bepalen deel van de vloeistof uit de voedingszijde wordt verwijderd naar de afvoergeleiding en de 30 vooraf te bepalen hoeveelheid vloeistof wordt vervangen door gas, toegevoerd door de gasinvoer.

9. Werkwijze volgens conclusie 7 of 8, met het kenmerk, dat het gasvolume een integraal deel van de voedingszijde vormt.

35 10. Werkwijze volgens één der conclusies 7 of 8, met het kenmerk, dat het gasvolume is voorzien in een drukvat (PV) dat is afgescheiden van, maar in fluïdumcommunicatie staat met de voedingszijde.

11. Werkwijze volgens één der conclusies 7 - 10, met

het kenmerk, dat het drukverschil ten minste 1 x  $10^3$  Pa bedraagt.

12. Werkwijze volgens één der conclusies 7 - 11, met het kenmerk, dat de druk aan de voedingszijde minder is dan 5 0,8 x de "bubble point" druk van de membraan of de membraanfiltratie-eenheid.

13. Werkwijze volgens één der conclusies 1 - 12, met het kenmerk, dat een veelvoud van membraanfiltratie-eenheden parallel is opgesteld, welke eenheden opeenvolgend worden getest.

14. Werkwijze volgens één der conclusies 1 - 12, met het kenmerk, dat een veelvoud van membraanfiltratieeenheden parallel zijn opgesteld, waarbij ten minste twee membraanfiltratie-eenheden gelijktijdig worden getest.

15. Werkwijze voor het beoordelen van de integriteit van een membraan in een membraanfiltratie-eenheid, welke eenheid omvat een voedingszijde (F) met een voedingsleiding en met een afvoer, gescheiden door middel van de membraan van een filtraatzijde (P) met een afvoergeleiding met een klep

20 (V2) en een gasinvoer met een klep (V3); welke werkwijze de stappen omvat van het afvoeren van fluïdum uit de voedingszijde door de afvoer en het vullen van de voedingszijde met gas door de voedingsleiding, met het kenmerk, dat deze de stappen omvat van een gasvolume aan de 25 filtraatzijde tussen de membraan en de klep (V2), het verhogen van de druk aan de voedingszijde tot een vooraf te

bepalen waarde die hoger is dan de druk aan de filtraatzijde om zodoende een bekend drukverschil over de membraan te verkrijgen; het meten van de druktoename aan de filtraatzijde 30 door middel van een druktransmitter (PT) die is voorzien aan de filtraatzijde, en het vergelijken van de druktoename met een standaardwaarde en het gebruiken van deze vergelijking om de integriteit van de membraan te beoordelen.

16. Werkwijze voor het beoordelen van de integriteit

35 van een membraan in een membraanfiltratie-eenheid, welke
eenheid omvat een filtraatzijde (P) met een voedingsleiding
en met een afvoer, afgescheiden door middel van de membraan
van een voedingszijde (F) met een afvoergeleiding met een
klep (V2) en een gasinvoer met een klep (V3); welke werkwijze

10

de stappen omvat van het afvoeren van fluïdum uit de filtraatzijde door de afvoer en het vullen van de filtraatzijde met gas door de voedingsleiding, met het kenmerk, dat deze verder de stappen omvat van het verschaffen van een gasvolume aan de voedingszijde tussen de membraan en de klep (V2), het verhogen van de druk aan de filtraatzijde tot een vooraf te bepalen waarde die hoger is dan de druk aan de voedingszijde om zodoende een bekend drukverschil over de membraan te verkrijgen; het meten van de druktoename aan de 10 voedingszijde door middel van een druktransmitter (PT) die is voorzien aan de voedingszijde en het vergelijken van de druktoename met een standaardwaarde, en het gebruiken van de vergelijking om zodoende de integriteit van de membraan te beoordelen.





